


## Carrier gas separating device

**Patent number:** DE1598568  
**Publication date:** 1971-01-21  
**Inventor:** NODA TAMOTSU  
**Applicant:** HITACHI LTD  
**Classification:**  
- international: G01N31/08  
- european: B01D53/22; G01N1/40; G01N30/72G2; H01J49/04  
**Application number:** DE19661598568 19660927  
**Priority number(s):** JP19650079571 19651001; JP19650079572 19651001

**Also published as:**

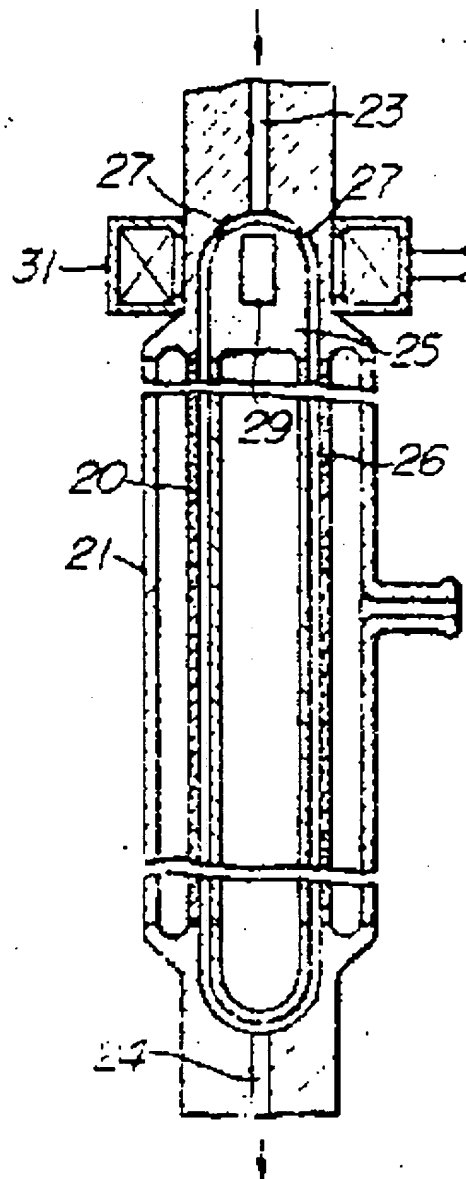
 GB1097327 (A)

**Report a data error here**

Abstract not available for DE1598568  
Abstract of corresponding document: **GB1097327**

1,097,327. Carrier gas separating device.  
HITACHI Ltd. Sept. 21, 1966 [Oct. 1, 1965 (2)],  
No. 42197/66. Heading B1L. A carrier gas separating device, used between a gas chromatograph and a mass spectrometer and consisting of a separating tube 20 made of porous material (e.g. fritted glass) enclosed by a vacuum jacket 21 which has means for evacuating the jacket interior, contains an inner space reduction member 25 so arranged that an interstice 26 is formed between the tube and member which acts to communicate an inlet 23 from the gas chromatograph with an outlet 24 to the mass spectrometer. The member may be axially movable within the tube to interrupt the communication between inlet and outlet, e.g. a magnet 29 embedded in the upper portion of the member is attracted by an electromagnetic coil 31 when energized. Protuberances on the member may be provided to support a non-axially movable member within the tube.

FIG. 4.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

51

Int. Cl.: G 01 n, 31/08

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 421, 4/16

A  
51.  
1

10

11

21

22

43

44

45

# Patentschrift 1 598 568

Aktenzeichen: P 15 98 568.9-52 (H 60606)

Anmeldetag: 27. September 1966

Offenlegungstag: 21. Januar 1971

Auslegetag: 21. Oktober 1971

Ausgabetag: 31. Mai 1972

Patentschrift stimmt mit der Auslegeschrift überein

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: 1. Oktober 1965

1. Oktober 1965

33

Land: Japan

31

Aktenzeichen: 79571

79572

54

Bezeichnung: Vorrichtung zur Abtrennung von Trägergas

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

73

Patentiert für: Hitachi, Ltd., Tokio

Vertreter gem. § 16 PatG: Beetz, R., Dipl.-Ing.; Lamprecht, K., Dipl.-Ing.; Patentanwälte,  
8000 München

72

Als Erfinder benannt: Noda, Tamotsu, Katsuta (Japan)

56

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

FIG. 1

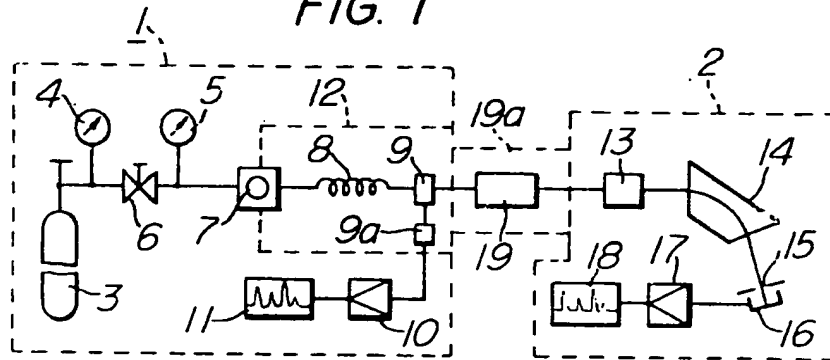


FIG. 2

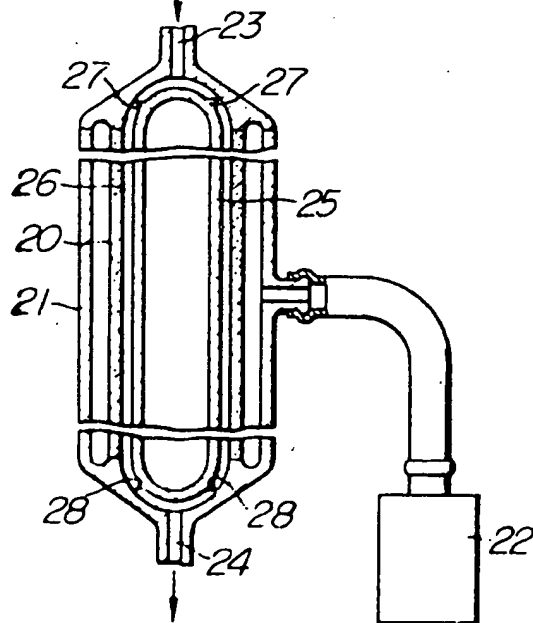
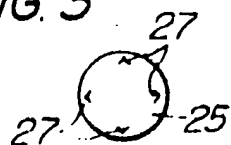


FIG. 3



Die Erfindung bezieht sich auf eine Trägergasabtrennvorrichtung mit einem Trägergastrennrohr aus porösem Material, einem dieses umschließenden Vakuummantel, Mitteln zur Evakuierung des Innenraumes dieses Mantels und einem Auslaß und einem Einlaß an den entgegengesetzten Enden des Trägergastrennrohres.

Eine solche Vorrichtung dient insbesondere als Übergangsstück zwischen einem Gaschromatographen und einem Massenspektrographen, in dem die gaschromatographisch aufgetrennten Bestandteile einer Probe massenspektrometrisch analysiert werden sollen.

Für die massenspektrometrische Analyse der in einem Gaschromatographen aufgetrennten Probenbestandteile mittels eines direkt angeschlossenen Massenspektrographen ist die Anwesenheit des für die Gaschromatographie erforderlichen Trägergases neben den interessierenden Probenkomponenten sehr störend und eine möglichst vollständige Abtrennung des Trägergases daher anzustreben.

Für die Abtrennung dieses Trägergases wurde bereits ein als »Trägergastrennrohr« bezeichnetes poröses Rohr als Verbindung zwischen Gaschromatograph und Massenspektrometer vorgeschlagen, das von einem Vakuummantel umschlossen wird, in den hinein das Trägergas abgesaugt wird (s. beispielsweise »Analytical Chemistry«, Bd. 37, Mai 1964, Nr. 6, S. 1135 bis 1137).

Mit einer solchen Vorrichtung kann das Trägergas jedoch nicht in befriedigender Weise abgetrennt werden, da die Innenoberfläche des Trennrohres, d. h. die mit dem Trägergas in Kontakt kommende Oberfläche relativ klein ist. Bei einer Vergrößerung der Innenoberfläche des Rohres nimmt aber notwendigerweise sein Innenraum zu, so daß eine Diffusion und Wiedervermischung der vom Gaschromatographen getrennten Probenkomponenten innerhalb des Trägergastrennrohres stattfinden kann. Vollständig befriedigende Analyseergebnisse können also mit einer derartigen Vorrichtung nicht erwartet werden.

Der Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, eine Trägergasabtrennvorrichtung zu schaffen, bei der die Innenoberfläche eines Trägergastrennrohres ohne Erhöhung des Rohrrinnenraumes für die weitgehende Abtrennung des Trägergases groß genug gemacht werden kann.

Die erfindungsgemäße Trägergasabtrennvorrichtung der eingangs genannten Art ist daher gekennzeichnet durch ein Element zur Verminderung des (freien) Innenraumes, das im Trägergastrennrohr so angeordnet ist, daß zwischen diesem und dem Element ein Zwischenraum gebildet wird, über den der Einlaß mit dem Auslaß in Verbindung steht.

Die Innenoberfläche des Trägergastrennrohres kann also gemäß der Erfindung relativ groß gemacht werden, ohne daß gleichzeitig der Rohrrinnenraum zunehmen muß. Das bedeutet, daß der Wert von  $O/V$  (wobei  $O$  die Innenoberfläche des Trägergastrennrohres ist und  $V$  dessen [freier] Innenraum) durch Verwendung eines Elementes zur Verminderung des freien Innenraumes groß gemacht werden kann.

Eine Verstärkung der Trägergasabtrennung bei gleichzeitiger Verhinderung der Diffusion oder Mischung der getrennten Probenkomponenten wäre im Prinzip auch einfach durch eine Verringerung des Trägergastrennrohrdurchmessers bei gleichzeitiger

Verlängerung des Rohres zu erreichen. Die Fertigung eines solchen Rohres ist jedoch sehr schwierig. Demgegenüber kann die Abtrennung des Trägergases durch die vorstehend angegebene erfindungsgemäße Anordnung der Trägergasabtrennvorrichtung merklich erhöht sein, während Diffusion oder Mischung der getrennten Probenkomponenten mit Trägergastrennrohr verhindert werden.

Die Erfindung wird an Hand der Zeichnung näher erläutert; es zeigt

Fig. 1 ein Blockdiagramm einer Anlage, bei der ein Gaschromatograph direkt mit einem Massenspektrometer gekoppelt ist,

Fig. 2 einen Schnitt in axialer Richtung durch eine erfindungsgemäße Trägergasabtrennvorrichtung und

Fig. 3 das Element zur Verminderung des Innenraumes gemäß Fig. 2 in Aufsicht.

Gemäß Fig. 1 umfaßt ein Gaschromatograph 1 eine Trägergasflasche 3, Druckmesser 4 und 5, ein Nadelventil 6, einen Probeneinlaß 7, eine Säule 8, einen Strömungsteiler 9, einen Detektor 9a, einen Schreiber 11, der über einen Verstärker 10 mit dem Detektor 9a verbunden ist und einen temperaturgeregelten Ofen 12, mit dem die Säule 8 und der Detektor 9a auf konstanter Temperatur gehalten werden. Ein Massenspektrometer 2 umfaßt eine Ionenquelle 13, Magnetpole 14, einen Spalt 15, einen Ionenauffänger oder -kollektor 16 und einen über einen Verstärker 17 mit dem Ionenkollektor 16 verbundenen Schreiber 18. Zwischen dem Gaschromatographen 1 und dem Massenspektrometer 2 ist eine Trägergasabtrennvorrichtung 19 innerhalb eines Ofens 19a angeordnet.

Beim Betrieb wird zunächst Trägergas aus der Gasflasche 3 in die Säule 8 eingelassen und unter Beobachtung der Druckmesser 4 und 5 das Nadelventil 6 auf einen bestimmten Druck des Trägergases eingestellt. Dann wird, wenn eine vorbestimmte Probenmenge in den Probeneinlaß 7 injiziert wird, die Probe durch das Trägergas in die Säule 8 eingeführt. Da die Säule 8 mit einem Adsorptionsmittel gefüllt ist, wird die in die Säule eintretende Probe entsprechend den unterschiedlichen Affinitäten der Probenbestandteile zum Adsorbenten aufgetrennt. Die getrennten Komponenten werden durch den Detektor 9a nachgewiesen. Der Detektor 9a erzeugt der Menge der Probenkomponenten entsprechende elektrische Signale, die nach Verstärkung durch den Verstärker 10 zum Schreiber 11 geschickt werden. Dieser erzeugt daher eine Kurve mit den Probenkomponenten entsprechenden »Peaks«. Wenn eine Massenanalyse der vom Gaschromatographen getrennten Probenkomponenten unter direkter Ankopplung des Gaschromatographen an ein Massenspektrometer ausgeführt wird, ist der Detektor des Gaschromatographen nicht unbedingt erforderlich. In einem solchen Fall können Detektor 9a, Verstärker 10 und Schreiber 11 weggelassen oder in ihrem Betrieb unterbrochen werden.

Die vom Gaschromatographen 1 getrennten Probenkomponenten werden in Richtung des Massenspektrometers 2 durch das Trägergas geleitet, das selbst jedoch im Massenspektrometer äußerst unerwünscht ist. Das Trägergas wird daher zum größten Teil durch die Trägergasabtrennvorrichtung 19, die mit dem Gaschromatographen und dem Massenspektrometer in Verbindung steht, abgetrennt. Da das Massenspektrometer 2 durch nichtgezeigte Pump-

systeme auf ein hohes Vakuum gebracht ist, werden die Probenkomponenten zusammen mit einer geringen Menge des Trägergases durch Vakuumsaugwirkung in das Massenspektrometer 2 eingeführt. Hier werden die Probenkomponenten in der Ionenquelle 13 ionisiert. Die erzeugten Ionen werden in Richtung der Magnetpole 14 gelenkt und beim Durchgang durch das Magnetfeld abhängig von der Ionenmasse abgelenkt und fokussiert. Wenn also das Magnetfeld durch ein nichtgezeigtes Abtast- bzw. Durchlauf-System kontinuierlich geändert wird, treten die abgelenkten Ionen abhängig von ihrer Masse nacheinander durch den Spalt 15 und werden von dem Ionenkollektor 16 gesammelt. Am Ionenkollektor 16 sind Mittel zur Erzeugung eines den aufgefundenen Ionen entsprechenden elektrischen Signals vorgesehen, das durch den Verstärker 17 verstärkt und zum Schreiber 18 geschickt wird, der dann das Massenspektrum aufzeichnet.

Fig. 2 und 3 zeigen ein Beispiel für eine erfindungsgemäße Trägergasabtrennvorrichtung, die zwischen Gaschromatograph und Massenspektrometer, wie 19 gemäß Fig. 1, zu verwenden ist. Ein Trägergastrennrohr 20 wird aus gefrittetem Glas mit feinen Poren, in der Gegend von beispielsweise einigen  $\mu\text{m}$ , hergestellt. Dieses Trägergastrennrohr 20 wird von einem Vakuummantel 21 umschlossen, dessen Innenraum durch ein Pumpsystem 22 evakuiert wird. An den oberen und unteren Enden des Trägergastrennrohres 20 sind jeweils ein Einlaß 23 und ein Auslaß 24 vorgesehen.

Innerhalb des Trägergastrennrohres 20 ist ein Element 25 zur Verminderung des Innenraumes eingebaut, in der Weise, daß zwischen 20 und 25 ein Zwischenraum 26 gelassen wird. Das obere und untere Ende des Elementes 25 ist abgerundet und mit mehreren Ansätzen bzw. kleinen Erhebungen 27 und 28 versehen, über die sich das Element 25 zur Verminderung des Innenraumes in dem Trägergastrennrohr 20 abstützt, in der Weise, daß eine Verbindung zwischen Einlaß 23 und Auslaß 24 aufrechterhalten

wird. Der Einlaß 23 des Trägergastrennrohres 20 ist mit dem Auslaß des Gaschromatographen zu verbinden und der Auslaß 24 des Rohres 20 wird an den Einlaß des Massenspektrometers angeschlossen.

Wenn man nun den Innenraum des Vakuummantels 21 mit Hilfe eines Pumpsystems 22 evakuiert, so wird das Trägergas (im allgemeinen  $\text{H}_2$  oder  $\text{He}$ ) durch die feinen Poren des Trägergastrennrohres 20 nahezu vollständig entfernt, wenn die Mischung aus Trägergas und Probenkomponente durch den Einlaß 23 in den Zwischenraum 26 strömt. Da das Massenspektrometer auf ein relativ hohes Vakuum gebracht ist, werden die durch den Zwischenraum 26 tretenden Probenkomponenten durch den Auslaß 24 zum Massenspektrometer weitergeleitet.

Durch den Einbau des Elementes 25 zur Verminderung des Innenraumes im Trägergastrennrohr 20 kann dessen Innenoberfläche ohne Erhöhung des Innenraumes ausreichend groß gemacht werden. Eine Diffusion oder Mischung der aufgetrennten Probenkomponenten im Trägergastrennrohr 20 kann somit angemessen verhindert werden, während die Trägergasabtrennung auffallend gefördert werden kann. Darüber hinaus ist es unnötig, das Rohr 20 zur Erhöhung seiner Innenoberfläche zu verlängern, was zu Fabrikationsschwierigkeiten führen würde.

#### Patentanspruch:

Trägergasabtrennvorrichtung mit einem Trägergastrennrohr aus porösem Material, einem dieses umschließenden Vakuummantel, Mitteln zur Evakuierung des Innenraumes dieses Mantels und einem Auslaß und einem Einlaß an den entgegengesetzten Enden des Trägergastrennrohres, gekennzeichnet durch ein Element (25) zur Verminderung des (freien) Innenraumes, das im Trägergastrennrohr (20) so angeordnet ist, daß zwischen diesem und dem Element (25) ein Zwischenraum (26) gebildet wird, über den der Einlaß (23) mit dem Auslaß (24) in Verbindung steht.